

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2002-128689

(43)Date of publication of application : 09.05.2002

---

(51)Int.Cl. A61K 35/78  
A23L 1/30  
A61K 31/7048  
A61P 21/02  
A61P 27/02

---

(21)Application number : 2000-316812 (71)Applicant : TAMA SEIKAGAKU KK

(22)Date of filing : 17.10.2000 (72)Inventor : SHIBA SHUNICHI

---

(54) BLACK SOYBEAN SEED COAT EXTRACT COMPOSITION

## (57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a method for easily producing cyanidine 3-glucoside.

SOLUTION: This method for producing cyanidine 3-glucoside comprises subjecting black soybean seed coats as the raw material to extraction with either water, a water-miscible organic solvent or hydrous water-miscible organic solvent at pH 1-5 followed by concentration.

---

## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2002-128689

(P2002-128689A)

(43) 公開日 平成14年5月9日 (2002. 5. 9)

(51) Int.Cl. <sup>7</sup>	識別記号	F I	テ-マコ-ト* (参考)
A 6 1 K 35/78		A 6 1 K 35/78	J 4 B 0 1 8
A 2 3 L 1/30		A 2 3 L 1/30	B 4 C 0 8 6
A 6 1 K 31/7048		A 6 1 K 31/7048	4 C 0 8 8
A 6 1 P 21/02		A 6 1 P 21/02	
27/02		27/02	
審査請求 未請求 請求項の数 4 O L (全 4 頁)			

(21) 出願番号 特願2000-316812 (P2000-316812)

(22) 出願日 平成12年10月17日 (2000. 10. 17)

(71) 出願人 000108812

タマ生化学株式会社

東京都新宿区西新宿七丁目20番2号

(72) 発明者 司馬 駿一

神奈川県秦野市北矢名1098-2 コトブキ

コーポ2号室

(74) 代理人 100091096

弁理士 平木 祐輔 (外1名)

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 黒大豆種皮抽出組成物

(57) 【要約】

【課題】 シアニジン3-グルコシドを簡便に製造する手法の開発を課題とする。

【解決手段】 黒大豆種皮を原料とし、水、水溶性有機溶媒又は含水水溶性有機溶媒のいずれかによりpH1~5で抽出・濃縮することにより、解決できることを見出した。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】黒大豆種皮由来のシアニジン3-グルコシドを含む抽出組成物。

【請求項2】シアニジン3-グルコシドを乾燥品として5～35%含むことを特徴とする請求項1記載の抽出組成物。

【請求項3】黒大豆種皮を水、水溶性有機溶媒又は含水水溶性有機溶媒のいずれかを用いて抽出・濃縮し、溶媒を留去した濃縮物を、多孔性合成吸着樹脂に吸着させ、次いで有機溶媒又は含水水溶性有機溶媒を用いて溶出させ、濃縮することを特徴とする請求項1又は2記載の抽出組成物の製造方法。

【請求項4】請求項1又は2記載の抽出組成物を含有することを特徴とする健康飲食品素材。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

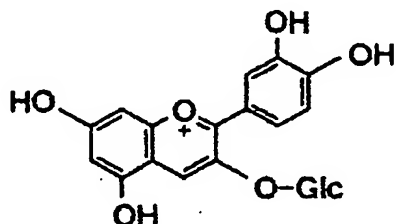
【発明の属する技術分野】本発明は、黒大豆種皮由来のシアニジン3-グルコシドに関するものである。

## 【0002】

【従来の技術】シアニジン3-グルコシドは、アントシアニンの一つで、最も強い活性酸素消去能力(抗酸化作用)を有し(Morazzoni P., Malandrino S.: Pharmacol. Res. Comms. 20, Suppl. 2, 254(1988); Hodnick WF, Kung FS.: Biochem Pharmacol 1986Jul 15;35(14): 2345-2357; Tusda, T., Ohshima, K.: J. Agric. Food Chem., 42, 248-251(1994); Tusda, T., M. Watanabe.: J. Agric. Food Chem., 42, 2407-2410(1994)), 肝機能障害軽減効果(Tusda, T., Horio, F.: Arch. Biochem. Biophys., 368, 361-366(1999)), 抗変異原性(Yosimoto, M., et al.: Biosci. Biotech. Biochem., 63, 537(1999))等の機能性が知られている。その構造式は次に示す通りである。

## 【0003】

## 【化1】



シアニジン3-グルコシド

【0004】この化合物の供給源として、現在最も普及しているのはブルーベリーエキスであるが、製造原料の保存条件が厳しく(−20℃以下冷凍保存)、このエキスはシアニジンの他にdelphinidin, petunidin, peonidin, malvidinを多く含み、かつ、高価である点が問題であった。

## 【0005】

【発明が解決しようとする課題】シアニジン3-グルコシドを簡便に製造する手法の開発を課題とする。

## 【0006】

【課題を解決するための手段】本発明者等は、前記課題を解決すべく鋭意努力した結果、黒大豆種皮を原料とすることにより、解決できることを見出した。

【0007】すなわち、本発明は(1)黒大豆種皮由来のシアニジン3-グルコシドを含む抽出組成物、(2)シアニジン3-グルコシドを乾燥品として5～35%含むことを特徴とする請求項1記載の抽出組成物、(3)黒大豆種皮を水、水溶性有機溶媒又は含水水溶性有機溶媒のいずれかを用いて抽出・濃縮し、溶媒を留去した濃縮物を、多孔性合成吸着樹脂に吸着させ、次いで有機溶媒又は含水水溶性有機溶媒を用いて溶出させ、濃縮することを特徴とする請求項1又は2記載の抽出組成物の製造方法、(4)請求項1又は2記載の抽出組成物を含有することを特徴とする健康飲食品素材に関する。

【0008】黒大豆は、昔から中国で「補腎養血作用」(腎臓と血液の働きを促す作用)を持つと言われ、養髪(白髪が黒くなる)、美顔の漢方処方、薬膳料理のなかで利用されてきた(「中国薬膳大辞典」P213, 371, 380, 394)。この知見を基として、本発明者等は、黒大豆種皮を成分分析した結果、アントシアニンを0.65～1.12%と高含量に含み、なかでもシアニジン3-グルコシドがアントシアニンの85%以上を占めていることを見出した。すなわち、本発明の特徴は黒大豆そのものではなく、黒大豆種皮に着目した点にある。

【0009】黒大豆種皮は、抽出溶媒でpH1～5で抽出する。pH1～5に調整する酸としては、無機酸(塩酸、硫酸等)又は有機酸(蟻酸、酢酸、クエン酸、アスコルビン酸等)があり、抽出溶媒は、水、メタノール、エタノール、アセトン等の水溶性有機溶媒又は含水有機溶媒を用いることができ、室温から抽出溶媒の沸点までの温度範囲内で抽出し、有機溶媒の水含量は、メタノール、エタノールでは75%以下、アセトンでは65%以下である。

【0010】黒大豆種皮抽出液の有機溶媒を留去して、該当する合成吸着樹脂にシアニジン3-グルコシドを吸着させ、次いで水で不純物を洗浄し、有機溶媒又は有機溶媒と水との混合溶媒を用いて該当する合成樹脂から溶出させ、濃縮、乾燥し、黒大豆種皮有効成分を含む抽出固形物を得る。該当する合成吸着樹脂の具体例としては、「ダイヤイオンHP樹脂、SP樹脂」(三菱化学社製)、「アンパーライトXAD樹脂」(ロームアンドハース社製)、「デュオライトS樹脂」(ダイヤモンドシャムロック社製)等が挙げられる。

【0011】黒大豆種皮有効成分の吸着は、通常カラム法で行われ、室温下、ダイヤイオンHP20の場合、space velocityが0.5から2になるように調節して行う。ダイヤイオンHP20の場合、溶出に用いる有機溶媒

はメタノール、エタノール、アセトンが望ましく、含水で用いる場合は、メタノール、エタノールは水分を20%以下、アセトン場合は水分を30%以下とする。濃縮は減圧下又は常圧下で行い、室温から抽出溶媒の沸点までの温度範囲内で行う。

【0012】乾燥は固形分が20%～30%程度まで濃縮した液を噴霧乾燥するか、濃縮液を蒸発面の大きい容器に広げ、乾燥機又は減圧乾燥機下で蒸発乾固することにより行う。この方法により黒大豆種皮抽出物は、その乾燥物においてシアニジン3-グルコシドを5%～35%含む。

エキス	DEL	CYA	PET	PEO	MAL
黒大豆種皮(%)	0.50	97.20	0.00	1.70	0.60
ブルーベリー(%)	37.11	30.22	15.67	5.38	11.62

DEL: delphinidin, CYA: cyanidin, PET: petunidin, PEO: peonidin,

MAL: malvidin

【0015】本発明の黒大豆種皮抽出物の製造で使用した該当する合成吸着樹脂は、適当な有機溶媒(例えば、アルコール系、アセトン系有機溶媒等)又はアルカリ剤(例えば、水酸化ナトリウム、水酸化カリウム等)により洗浄再生することにより、繰り返し使用が可能である。シアニジンの定量は吸光度法とHPLCにより行った。次に、本発明を具体的に説明するために、実施例を示すがこれに限定されるものではない。

【0016】

【発明の実施の形態】(実施例1)黒大豆種皮1000gを含水の75%メタノール(HClでpH1.0に調整)5Lで3時間3回抽出し、減圧下50～60℃で2Lまで濃縮後、酢酸エチル転溶を行い、下層をろ過する。活性化させたスチレンジビニルベンゼン重合樹脂(三菱化成工業株式会社製、ダイヤイオンHP20)に2000mlを充填した樹脂塔に添加し、ろ過液を樹脂に2000ml/hrで通過させ、次いで7500mlの水で洗浄した。洗浄後、樹脂塔に7500mlの含水の80%エタノールを溶出速度2000ml/hrで通過させ、シアニジン3-グルコシドを含む溶液を得た。この溶液は、減圧下で50℃～60℃で濃縮、送風温度240℃、排出温度85℃条件で噴霧乾燥し、シアニジン3-グルコシドを34.51%含む溶液抽出固形物を13.12g得た。この抽出固形物を2%HCl-MeOHで溶解し、スペクトルでみた場合のグラフを図1に示す。この図から波長280

【0013】なお、この黒大豆種皮エキスとブルーベリーエキスとのアントシアニジンの構成比を表1に示すが、明らかに黒大豆種皮エキスはシアニジンが殆どであるのに対して、ブルーベリーエキスは他のアントシアニジンを多く含んでいる。このことは、シアニジン3-グルコシドを抽出、精製するには、ブルーベリー果実からよりも、黒大豆種皮から抽出、精製するほうが効率的であることがわかる。

【0014】

【表1】

nmと529nmに最大吸収値があることが読み取れる。

【0017】(実施例2)黒大豆種皮10kgに、水50Lを加えて、塩酸にてpH1.5に調整した後、室温にて一晩攪拌しながら抽出する。翌朝ろ過しダイヤイオンHP20樹脂20Lが充填してあるカラムに通液する。通液後、60Lの水にて洗浄後、80%エタノール60Lを流すことで、吸着していたアントシアニンを脱着させる。脱着液を減圧濃縮し、噴霧乾燥することで黒大豆種皮エキス403.21g(シアニジン3-グルコシド含量13.34%)を得た。

【0018】(実施例3)実施例1で抽出した黒大豆種皮由来組成物(シアニジン3-グルコシド含量34.51%)を、眼精疲労と肩こりを持つ人たちにボランティアとして協力してもらい、100mg～150mg/日を5人を対象に3ヶ月経口摂取してもらった。その内4人は黒大豆種皮エキス摂取期間中、眼精疲労と肩こりが改善された。

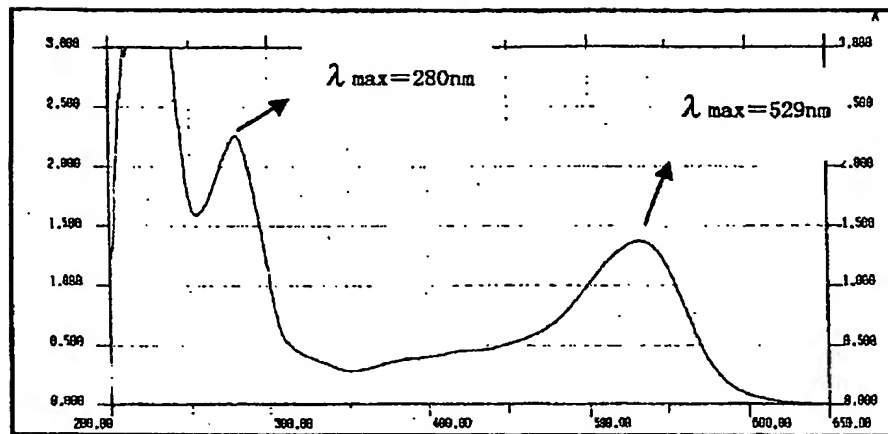
【0019】

【発明の効果】本発明により、健康飲食品素材として有用なシアニジン3-グルコシドを簡便に確保することを可能とする。

【図面の簡単な説明】

【図1】黒大豆種皮を抽出した結果の得られたもののスペクトルを示す図。

【図1】



フロントページの続き

Fターム(参考) 4B018 MD58 ME06 MF01 MF06  
 4C086 AA01 EA11 GA02 MA01 NA05  
 NA10 ZA33 ZA94 ZC54  
 4C088 AB61 AC04 BA09 BA10 BA13  
 CA05 CA06 CA11 CA14 CA23  
 MA07 MA52 NA05 ZA33 ZA94  
 ZC54

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning  
Operations and is not part of the Official Record**

**BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ BLACK BORDERS
- ☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☐ FADED TEXT OR DRAWING
- ☐ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☐ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: \_\_\_\_\_

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.**